

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-147786

(43)Date of publication of application : 02.06.1999

(51)Int.Cl.

C30B 15/00

C30B 29/06

H01L 21/208

// H01L 21/02

(21)Application number : 09-325428

(71)Applicant : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD

(22)Date of filing : 11.11.1997

(72)Inventor : IIDA MAKOTO

IINO EIICHI

KIMURA MASAKI

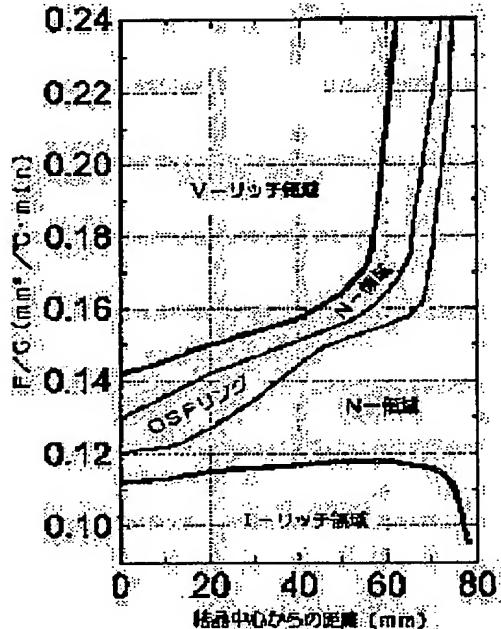
MURAOKA SHOZO

(54) SILICON SINGLE CRYSTAL WAFER WITH LOW CONTENT OF CRYSTAL DEFECT AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a silicon single crystal wafer having a wide control width and an ultralow defect density over the whole surface of the crystal in the absence of both a V-rich region and an I-rich region under readily controllable production conditions by specifying the pulling up conditions of the crystal when growing the silicon single crystal according to a Czochralski (CZ) process.

SOLUTION: A crystal is pulled up in a region surrounded by a border line between a V-rich region and an N-region and a border line between the N-region and an I-rich region in a defect distribution chart indicating the defect distribution for the distance D (mm) from the crystal center to the periphery of the crystal as the abscissa axis versus a value of F/G (mm²/° C.min) as the ordinate axis when the pulling up speed is F (mm/min) and the average value of the gradient of the temperature in the crystal in the pulling up axis direction in a region of temperatures from the melting point of the silicon to 1,400° C is expressed as G (° C/mm). The value of F/G is preferably regulated to 0.112–0.142 mm²/° C.min at the crystal center to pull up the crystal.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 22.12.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3460551

[Date of registration] 15.08.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-147786

(43)公開日 平成11年(1999)6月2日

(51)Int.Cl.⁶
C 30 B 15/00
29/06
H 01 L 21/208
// H 01 L 21/02

識別記号
502

F I
C 30 B 15/00
29/06
H 01 L 21/208
21/02

Z
502H
P
B

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全9頁)

(21)出願番号 特願平9-325428

(22)出願日 平成9年(1997)11月11日

(71)出願人 000190149
信越半導体株式会社
東京都千代田区丸の内1丁目4番2号
(72)発明者 飯田 誠
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半導体磯部研究所内
(72)発明者 飯野 栄一
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半導体磯部研究所内
(72)発明者 木村 雅規
群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社半導体磯部研究所内
(74)代理人 弁理士 好宮 幹夫

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 結晶欠陥の少ないシリコン単結晶ウエーハ及びその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 CZ法において制御幅が広く、より制御し易い成長条件下で製造した、熱酸化処理時にOSFリグは発生するが、該リング内外のN領域を最大限拡大した低欠陥密度であるシリコン単結晶ウエーハ並びにOSF核は存在するが、熱酸化処理時に該リングは発生せず、かつ、ウエーハ全面の酸素濃度が24ppma以下で、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しない、結晶全面が利用可能な極低欠陥密度であるシリコン単結晶ウエーハを提供する。

【解決手段】 CZ法において引上速度をF [mm/min] とし、シリコンの融点から1400°C間の引上軸方向の結晶内温度勾配平均値をG [°C/mm] で表した時、F/Gの値を結晶中心で0.112 ~ 0.142mm² / °C·minとする製法、並びに前記F/G 値範囲に制御しかつ結晶中酸素濃度を24ppma以下に抑えて引上げるかまたは結晶中の1050~850°Cの温度域通過時間を140分以下に制御する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶ウエーハにおいて、熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFリングあるいはOSFリングの核が存在し、かつ、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないことを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。

【請求項2】 チョクラルスキー法により育成されたシリコン単結晶ウエーハにおいて、ウエーハ全面の酸素濃度が24ppma未満であり、酸素析出熱処理によりOSFリングの潜在核は存在するが、OSF熱酸化処理をした際にはOSFリングは発生せず、かつ、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないことを特徴とするシリコン単結晶ウエーハ。

【請求項3】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、引上げ速度をF [mm/min]とし、シリコンの融点から1400°Cの間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値をG [°C/mm]で表した時、結晶中心から結晶周辺までの距離D [mm]を横軸とし、F/G [mm²/°C·min]の値を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図において、V-リッチ領域とN-領域の境界線ならびにN-領域とI-リッチ領域の境界線で囲繞された領域内で結晶を引上げることを特徴とする、シリコン単結晶ウエーハの製造方法。

【請求項4】 前記F/Gの値を結晶中心で、0.112~0.142mm²/°C·minとして結晶を引上げることを特徴とする、請求項3に記載したシリコン単結晶ウエーハの製造方法。

【請求項5】 前記結晶中の1050°Cから850°Cまでの温度域を通過する時間が140分以下となるように制御することを特徴とする、請求項3または請求項4に記載したシリコン単結晶ウエーハの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、結晶欠陥が少ないシリコン単結晶ウエーハ及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年は、半導体回路の高集積化に伴う素子の微細化に伴い、その基板となるチョクラルスキー法（以下、CZ法と略記する）で作製されたシリコン単結晶に対する品質要求が高まってきており。特に、FPD、LSTD、COP等のグローンイン（Grown-in）欠陥と呼ばれる酸化膜耐圧特性やデバイスの特性を悪化させる、単結晶成長起因の欠陥が存在しその密度とサイズの低減が重要視されている。

【0003】 これらの欠陥を説明するに当たって、まず、シリコン単結晶に取り込まれるベイカンシイ（Vacancy、以下Vと略記することがある）と呼ばれる空孔型の点欠陥と、インタースティシアルシリコン

（Interstitial-Si、以下Iと略記することがある）と呼ばれる格子間型シリコン点欠陥のそれぞれの取り込まれる濃度を決定する因子について、一般的に知られていることを説明する。

【0004】 シリコン単結晶において、V領域とは、Vacancy、つまりシリコン原子の不足から発生する凹部、穴のようなものが多い領域であり、I領域とは、シリコン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン原子の塊が多い領域のことであり、そしてV領域とI領域の間には、原子の不足や余分が無い（少ない）ニュートラル（Neutral、以下Nと略記することがある）領域が存在していることになる。そして、前記グローンイン欠陥（FPD、LSTD、COP等）というのは、あくまでもVやIが過飽和な状態の時に発生するものであり、多少の原子の偏りがあっても、飽和以下であれば、欠陥としては存在しないことが判ってきた。

【0005】 この両点欠陥の濃度は、CZ法における結晶の引上げ速度（成長速度）と結晶中の固液界面近傍の温度勾配Gとの関係から決まり、V領域とI領域との境界近傍にはOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）と呼ばれるリング状の欠陥の存在が確認されている。

【0006】 これら結晶成長起因の欠陥を分類すると、成長速度が0.6mm/min前後以上と比較的の高速の場合には、空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD、LSTD、COP等のグローンイン欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV-リッチ領域と呼ばれている（図4（a）参照）。また、成長速度が0.6mm/min以下の場合は、成長速度の低下に伴い、上記したOSFリングが結晶の周辺から発生し、このリングの外側に転位ループ起因と考えられているL/D（Large Dislocation：格子間転位ループの略号、LSEPD、LFPD等）の欠陥が低密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はI-リッチ領域と呼ばれている（図4（b）参照）。さらに、成長速度を0.4mm/min前後と低速にすると、OSFリングがウエーハの中心に凝集して消滅し、全面がI-リッチ領域となる（図4（c））。

【0007】 また、最近V-リッチ領域とI-リッチ領域の中間でOSFリングの外側に、N領域と呼ばれる、空孔起因のFPD、LSTD、COPも、転位ループ起因のLSEPD、LFPDも存在しない領域の存在が発見されている（特開平8-330316号参照）。この領域はOSFリングの外側にあり、そして、酸素析出熱処理を施し、X-ray観察等で析出のコントラストを確認した場合に、酸素析出がほとんどなく、かつ、LSEPD、LFPDが形成されるほどリッチではないI-

リッチ領域側であると報告している(図3(a)参照)。そして、従来のCZ引上げ機ではウエーハの極一部にしか存在しないN領域を、引上げ機の炉内温度分布を改良し、引上げ速度を調節して、 F/G 値(単結晶引上げ速度を F [mm/min]とし、シリコンの融点から1300°Cの間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [°C/mm]とするとき、 F/G で表わされる比)を0.20~0.22mm²/°C·minとしてウエーハ全面及び結晶全長に対して制御すれば、N領域をウエーハ全面に広げることが可能であると提案している(図3(b)参照)。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような極低欠陥領域を結晶全体に広げて製造しようとすると、この領域がI-リッチ領域側のN領域のみに限定されるため、製造条件の上で制御範囲が極めて狭く、実験機ならともかく生産機では精密制御が難しく、生産性に難点があつて実用的でない。さらに、この発明に開示されていた欠陥分布図は、本発明者らが実験・調査して求めたデータや、データを基にした作成した欠陥分布図(図1参照)とは大幅に異なることが判明した。

【0009】本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、制御幅が広く、制御し易い製造条件の下で、V-リッチ領域およびI-リッチ領域のいずれも存在しない、結晶全面に亘って極低欠陥密度であるCZ法によるシリコン単結晶ウエーハを、高生産性を維持しながら得ることを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明の請求項1に記載した発明は、CZ法により育成されたシリコン単結晶ウエーハにおいて、熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFリングあるいはOSFリングの核が存在し、かつ、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないことを特徴とするシリコン単結晶ウエーハである。

【0011】そして、このようなシリコン単結晶ウエーハの製造方法としては、本発明の請求項3に記載したように、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、引上げ速度を F [mm/min]とし、シリコンの融点から1400°Cの間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [°C/mm]で表した時、結晶中心から結晶周辺までの距離 D [mm]を横軸とし、 F/G [mm²/°C·min]の値を縦軸として欠陥分布を示した欠陥分布図において、V-リッチ領域とN-領域の境界線ならびにN-領域とI-リッチ領域の境界線で囲まれた領域内に結晶を引上げることを特徴とする、シリコン単結晶ウエーハの製造方法である。

【0012】このように、実験・調査の結果を解析して求めた図1の欠陥分布図を基に、V-リッチ領域とN-領域の境界線ならびにN-領域とI-リッチ領域の境界

線で囲まれた領域内に収まるように、結晶の引上げ速度 F とシリコンの融点から1400°Cの間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G を制御して結晶を引上げれば、前記請求項1に記載した、熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFリングあるいはOSFリングの核が存在し、かつ、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないシリコン単結晶ウエーハを作製することができる。

【0013】さらに、具体的には、前記 F/G の値を結晶中心で、0.112~0.142mm²/°C·minとして結晶を引上げることとした(請求項4)。

【0014】このように、 F/G の値を結晶中心で、0.112~0.142mm²/°C·minに制御することによって、図1に見られるように、熱酸化処理時にOSFリングを発生し得る領域を含んだままであるが、OSFリング内外のN領域を最大限拡大するようにして引上げるので、引上げ速度と結晶内温度勾配との制御範囲が広くなり生産機においても製造条件設定が容易になり、N領域の多いウエーハを簡単に作製することができる。

【0015】このように、本発明の請求項3または請求項4に記載の製造方法によって得られたシリコン単結晶ウエーハは、該ウエーハを熱酸化処理をした際に、リング状にOSFリングは発生し、あるいはOSFリングの核は潜在しているが、FPD及びL/D(LSED、LFPD)は、ウエーハ全面内に存在しないというウエーハで、図2(b)に示したように、いわゆるウエーハ全面にV-リッチ領域とI-リッチ領域は存在せず、中性なN領域の面積が非常に大きなものである。このようなN領域の大きい本発明のシリコンウエーハには、OSFリングの核は潜在しており、該ウエーハを熱酸化処理した際にはリング状にOSFが発生し得るOSFリングの内側にもN領域が存在することを利用して、前記OSFリング外側のN領域とOSFリング内側のN領域を最大限に拡大した新規な欠陥構造を持ったウエーハである。

【0016】そして、本発明の請求項2に記載した発明は、CZ法により育成されたシリコン単結晶ウエーハにおいて、ウエーハ全面の酸素濃度が24ppma(AS-TM'79値)未満であり、酸素析出熱処理によりOSFリングの潜在核は存在するが、OSF熱酸化処理をした際にはOSFリングは発生せず、かつ、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないことを特徴とするシリコン単結晶ウエーハである。そして、このようなシリコン単結晶ウエーハの製造方法としては、本発明の請求項5に記載したように、請求項3または請求項4に記載した製造方法に加えて、前記結晶中の1050°Cから850°Cまでの温度域を通過する時間が140分以下となるように制御するようにした。

【0017】このように、成長結晶内の酸素濃度を24

ppma未満に抑え、あるいは成長結晶中の1050°Cから850°Cまでの温度域を通過する時間を140分以下となるように熱履歴を制御すれば、OSF核の成長を阻害することができ、実質上、OSFリングあるいはOSFリングの潜在核がウエーハ内に存在してもデバイスに影響を与えることはないので、結局該ウエーハをOSF熱酸化処理をした際に、OSFリングの核は潜在しているが、OSFリングを発生することはなく、FPD及びL/D (LSEPD, LFPD) もウエーハ全面内に存在しないという、いわゆるウエーハ全面がV-リッチ領域、I-リッチ領域も、害を及ぼすようなOSFリングも存在しない全面使用可能な結晶全面に亘って極低欠陥密度なウエーハを得ることができる。しかもこの場合、F/Gの制御も広い制御範囲とすることが可能であり、ウエーハを実用上容易に作製することができる。

【0018】以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。説明に先立ち各用語につき予め解説しておく。

1) FPD (Flow Pattern Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、K, Cr, O, と弗酸と水の混合液で表面をエッチング (Seccoエッチング) することによりビットおよびさざ波模様が生じる。このさざ波模様をFPDと称し、ウエーハ面内のFPD密度が高いほど酸化膜耐圧の不良が増える (特開平4-192345号公報参照)。

【0019】2) SEPD (Secco Etch Pit Defect) とは、FPDと同一のSeccoエッチングを施した時に、流れ模様 (flow pattern) を伴うものをFPDと呼び、流れ模様を伴わないものをSEPDと呼ぶ。この中で10μm以上の大 SEPD (LSEPD) は転位クラスターに起因すると考えられ、デバイスに転位クラスターが存在する場合、この転位を通じて電流がリークし、P-Nジャンクションとしての機能を果たさなくなる。

【0020】3) LSTD (Laser Scattering Tomography Defect) とは、成長後のシリコン単結晶棒からウエーハを切り出し、表面の歪み層を弗酸と硝酸の混合液でエッチングして取り除いた後、ウエーハを劈開する。この劈開面より赤外光を入射し、ウエーハ表面から出た光を検出することでウエーハ内に存在する欠陥による散乱光を検出することができる。ここで観察される散乱体については学会等すでに報告があり、酸素析出物とみなされている (J. J. A. P. Vol. 32, P 3679, 1993参照)。また、最近の研究では、八面体のボイド (穴) であるという結果も報告されている。

【0021】4) COP (Crystal Originated Particle) とは、ウエーハの中心

部の酸化膜耐圧を劣化させる原因となる欠陥で、SeccoエッチではFPDになる欠陥が、SC-1洗浄 (NH₃, OH : H₂O₂ : H₂O = 1 : 1 : 10の混合液による洗浄) では選択エッチング液として働き、COPになる。このビットの直径は1μm以下で光散乱法で調べる。

【0022】5) L/D (Large Dislocation: 格子間転位ループの略号) には、LSEPD, LFPD等があり、転位ループ起因と考えられている欠陥である。LSEPDは、上記したようにSEPDの中でも10μm以上の大きいものをいう。また、LFPDは、上記したFPDの中でも先端ビットの大きさが10μm以上の大きいものをいい、こちらも転位ループ起因と考えられている。

【0023】本発明者らは、先に特願平9-199415号で提案したように、CZ法によるシリコン単結晶成長に関し、V領域とI領域の境界近辺について、詳細に調査したところ、この境界近辺の極く狭い領域にFPD, LSTD, COPの数が著しく少なく、LSEPDも存在しないニュートラルな領域があることを発見した。

【0024】そこで、このニュートラルな領域をウエーハ全面に広げることができれば、点欠陥を大幅に減らせると発想し、成長 (引上げ) 速度と温度勾配の関係の中で、結晶のウエーハ面内では、引上げ速度はほぼ一定であるから、面内の点欠陥の濃度分布を決定する主な因子は温度勾配である。つまり、ウエーハ面内で、軸方向の温度勾配に差があることが問題で、この差を減らすことが出来れば、ウエーハ面内の点欠陥の濃度差も減らせるこを見出し、結晶中心部の温度勾配Gcと結晶周辺部分の温度勾配Geとの差を△G = (Ge - Gc) ≤ 5°C/cmとなるように炉内温度を制御して引上げ速度を調節すれば、ウエーハ全面がN領域からなる欠陥のないウエーハが得られるようになった。

【0025】本発明では、上記のような温度勾配の差△Gが小さいCZ法による結晶引上げ装置を使用し、引上げ速度を変えて結晶面内を調査した結果、新たに次のような知見を得た。V-リッチ領域とI-リッチ領域の間に存在するN領域は、従来はOSFリング (核) の外側のみと考えられていたが、OSFリングの内側にも、N領域が存在することを確認した (図2(a) 参照)。すなわち、上記特願平9-199415号の場合、OSFリングは、V-リッチ領域とN領域の境界領域となっていた (図3(a) 参照) が、この二つは必ずしも一致しないことがわかった。このことは従来の△Gの大きい結晶引上げ装置で実験した場合には発見されず、今回上記の△Gの小さい結晶引上げ装置を使用した結晶を調査した結果、発見したものである。

【0026】この調査における引上げ装置の炉内温度を、総合伝熱解析ソフトFEMAG (F. Dupre

t, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990) を使用して鋭意解析を行った。その結果、引上げ速度を F [mm/min] とし、シリコンの融点から 1400°C の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [°C/mm] で表した時、 F/G の値を結晶中心で、 $0.112 \sim 0.142$ $\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ の範囲内となるように引上げ速度 F と温度勾配平均値 G を制御すれば、OSF熱酸化処理をした際にリング状に発生するOSFリングあるいはOSFリングの核が存在するものの、FPD及びL/Dがウエーハ全面内に存在しないシリコン単結晶ウエーハが得られることが判った。

【0027】図1は、直径6インチのシリコン単結晶を例とした場合であるが、結晶の径方向位置を横軸とし、 F/G 値を縦軸とした場合の諸欠陥分布を表している。図1から明らかなように、V-リッヂ領域/N領域の境界は、結晶中心位置と中心から約50mmまでの位置との間では $0.142\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ から緩やかに上昇し、この位置から外周にかけては急激に F/G 値を増大した線上にある。OSFリング領域の中心は、約 $0.125\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ で、結晶外周にかけてはV-リッヂ領域/N領域の境界線とほぼ平行して急激に F/G 値を増大した線上にある。さらにN領域/I-リッヂ領域との境界は、結晶中心位置と中心から約70mmまでの位置との間で $0.112\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ となり、その後、結晶外周に向って急激に落ち込んでいる。従って、OSFリングを含むそのウエーハ内のN領域を最大限に利用するには、結晶中心位置で $0.112 \sim 0.142\text{mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ となるようにすればよい。

【0028】これをウエーハの面で説明すると、従来は、図3(a)に示したように、通常の引上げ速度と結晶引上げ装置におけるOSFリングの外側に存在するN領域を結晶全面に拡大すべく(図3(b)参照)、特別な結晶引上げ装置を用いて引上げ速度と ΔG を制御し、無欠陥結晶を製造しようとしていたが、引上げ速度、温度勾配等製造条件の制御幅が極めて狭く、制御が困難で生産性に難点があり、実用的でなかった。

【0029】本発明では、OSFリングの外側のN領域だけに限定せず、今回発見したOSFリングの内側にも存在するN領域(図2(a)参照)をも使用してN領域を最大限拡大することにした。すなわち、図2(b)に示したようにOSFリングを含んだままN領域を最大限ウエーハ全面に拡大することができる引上げ速度と ΔG 及び結晶引上げ装置を選択して引上げた。その結果、上記したような F/G 値の範囲内に収まるように引上げ速度と結晶内温度勾配を調整して引上げれば、従来よりも拡大された制御幅をもつ製造条件下で容易に低欠陥のウ

エーハを製造することができる。

【0030】一方、OSFリングについては、最近の研究からウエーハ全面内で低酸素濃度の場合には、OSFリングの核が存在しても熱酸化処理によりOSFリングを発生することはなく、デバイスに影響を与えないということが判ってきている。この酸素濃度の限界値は、同一の結晶引上げ装置を使用して、数種類の酸素濃度レベルの結晶を引上げた結果、ウエーハ全面内の酸素濃度が24ppma未満であれば、ウエーハの熱酸化処理を行った時にOSFリングが発生しないことが確認されている。

【0031】すなわち、図5は、一本の結晶を引上げ中に徐々に酸素濃度を下げていった時に、結晶全長にわたってOSFとなる核は存在するが、ウエーハの熱酸化処理を行った時にOSFリングが観察されるのは24ppmaまでで、24ppma未満ではOSFリング核は存在するが、熱酸化処理によるOSFリングは発生していないことを表している。

【0032】ちなみに、成長結晶中の酸素濃度を24ppma未満にするには、従来から一般に用いられている方法で行えればよく、例えば、ルツボの回転数あるいは融液内温度分布等を調整して融液の対流を制御する等の手段により簡単に行うことができる。

【0033】なお、OSFリングは発生しなくても、その核の存在するところでは酸素析出が少なくなるという傾向があるが、デバイスの低温下プロセスにおいては、強いゲッタリングも要求されないので、OSF領域での酸素析出の少なさは問題にならない。

【0034】次いでOSFリング核の成長を阻害する条件を検討した。炉内温度分布の異なる結晶引上げ装置(炉内構成を変更したもの)を数種類使用して、OSF熱酸化処理時にOSFリングが発生するように、引上げ速度を制御して結晶を引上げた結果、 $1050 \sim 850$ °Cの温度帯域を140分以下で通過する熱履歴を与えた結晶には、その後OSFリング発生の有無を確認するOSF熱酸化処理を施してもOSFリングは確認されなかった(I. Yamashita and Y. Shimanki: The Electrochemical Society Extended Abstract, Los Angeles, California, May 7-12, 1989, P. 346参照)。

【0035】そこで、 F/G 値制御に加えて、結晶中酸素濃度を24ppma未満に抑え、あるいは、成長結晶の 1050°C から 850°C までの温度域を通過する熱履歴を140分以下となるように制御してOSFリング核の成長を阻害すれば、OSF熱酸化処理をした際にはOSFリングの発生はなく、かつ、FPD及びL/Dが存在せず、結晶全面が使用可能な領域で占められ、無欠陥の結晶を広い条件範囲で作製することができる。

【0036】すなわち、CZ法によってシリコン単結晶

を育成する際に、引上げ速度を F [mm/min] とし、シリコンの融点から 1400°C の間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値を G [°C/mm] で表した時、 F/G の値を結晶中心で、 $0.112 \sim 0.142$ $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ に制御し、結晶中酸素濃度を 24 ppm 未満に抑え、あるいは、前記結晶中の 1050°C から 850°C までの温度域を通過する時間が 140 分以下となるように制御することによって、広い N 領域を持つと共に熱酸化処理をしても OSF リングが発生しない、全面使用可能な無欠陥ウエーハを制御幅の広い条件下で容易に製造することができる。

【0037】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。まず、本発明で使用する CZ 法による単結晶引上げ装置の構成例を図 6 により説明する。図 6 に示すように、この単結晶引上げ装置 30 は、引上げ室 31 と、引上げ室 31 中に設けられたルツボ 32 と、ルツボ 32 の周囲に配置されたヒータ 34 と、ルツボ 32 を回転させるルツボ保持軸 33 及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種子結晶 5 を保持するシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるケーブル 7 と、ケーブル 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 32 は、その内側のシリコン融液（湯）2 を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。また、ヒータ 34 の外側周囲には断熱材 35 が配置されている。

【0038】また、本発明の製造方法に関わる製造条件を設定するために、結晶の固液界面の外周に環状の固液界面断熱材 8 を設け、その上に上部回転断熱材 9 が配置されている。この固液界面断熱材 8 は、その下端とシリコン融液 2 の湯面との間に $3 \sim 5$ cm の隙間 10 を設けて設置されている。上部回転断熱材 9 は条件によっては使用しないこともある。さらに、冷却ガスを吹き付けたり、輻射熱を遮って単結晶を冷却する筒状の冷却装置 36 を設けている。別に、最近では引上げ室 31 の水平方向の外側に、図示しない磁石を設置し、シリコン融液 2 に水平方向あるいは垂直方向等の磁場を印加することによって、融液の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかる、いわゆる MCZ 法が用いられることが多い。

【0039】次に、上記の単結晶引上げ装置 30 による単結晶育成方法について説明する。まず、ルツボ 32 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1420°C ）以上に加熱して融解する。次に、ケーブル 7 を巻き出すことにより融液 2 の表面略中心部に種子結晶 5 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸 33 を適宜の方向に回転させるとともに、ケーブル 7 を回転させながら巻き取り種子結晶 5 を引上げることにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒 1 を得るこ

とができる。

【0040】この場合、本発明では、本発明の目的を達成するために特に重要であるのは、図 6 に示したように、引上げ室 31 の湯面上の単結晶棒 1 中の液状部分の外周空間において、湯面近傍の結晶の温度が 1420°C から 1400°C までの温度域に環状の固液界面断熱材 8 を設けたことと、その上に上部回転断熱材 9 を配置したことである。さらに、必要に応じてこの断熱材の上部に結晶を冷却する装置、例えば冷却装置 36 を設けて、これに上部より冷却ガスを吹きつけて結晶を冷却できるものとし、筒下部に輻射熱反射板を取り付けた構造としてもよい。

【0041】このように液面の直上の位置に所定の隙間を設けて断熱材を配置し、さらにこの断熱材の上部に結晶を冷却する装置を設けた構造とすることによって、結晶成長界面近傍では輻射熱により保温効果が得られ、結晶の上部ではヒータ等からの輻射熱をカットできるので、本発明の製造条件を満足させることができる。この結晶の冷却装置としては、前記筒状の冷却装置 36 とは別に、結晶の周囲を囲繞する空冷ダクトや水冷蛇管等を設けて所望の温度勾配を確保するようにしても良い。

【0042】本発明で使用した単結晶引上げ装置と比較のために従来の装置を図 7 に示した。基本的な構造については、本発明で使用した引上げ装置と同じであるが、固液界面断熱材 8、上部回転断熱材 9 や冷却装置 36 は装備していない。

【0043】

【実施例】以下、本発明の具体的な実施の形態を実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

（実施例 1）図 6 に示した引上げ装置 30 で、 20 インチ石英ルツボに原料多結晶シリコンを 60 Kg チャージし、直径 6 インチ、方位 $<100>$ のシリコン単結晶棒を平均引上げ速度を $0.88 \sim 0.50$ mm/min に下げながら引上げを行った（単結晶棒の直胴長さ約 85 cm）。シリコン融液の湯温は約 1420°C 、湯面から環状の固液界面断熱材の下端までは、 4 cm の空間とし、その上に 10 cm 高さの環状固液界面断熱材を配置し、湯面から引上げ室天井までの高さをルツボ保持軸を調整して 30 cm に設定し、上部回転断熱材を配備した。そして、結晶中心部での F/G 値を $0.22 \sim 0.10$ $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ に変化させて引上げた。

【0044】ここで得られた単結晶棒から、ウエーハを切り出し、鏡面加工を施してシリコン単結晶の鏡面ウエーハを作製し、グローンイン欠陥の測定を行った。また、熱酸化処理を施して OSF リング発生の有無を確認した。その結果、 F/G 値が $0.112 \sim 0.142$ $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ の範囲内において、ウエーハ外周部より 15 mm 位置に熱酸化処理時に発生する OSF リング領域は存在するが、該リング内外のグローンイン欠陥

の存在しないN領域を最大限拡大した極低欠陥ウェーハを得た。なお、このウェーハの酸化膜耐圧特性は、C-*

- 1) 酸化膜厚: 2.5 nm,
- 2) 測定電極: リンドーブ・ポリシリコン,
- 3) 電極面積: 8 mm²,
- 4) 判定電流: 1 mA/cm²,
- 5) 良品判定: 絶縁破壊電界が 8 MV/cm 以上のものを良品と判定した。

【0045】(実施例2) 単結晶引上げ中に徐々に酸素濃度を下げて行った以外は実施例1と同一条件で引上げ、得られた単結晶棒から、ウェーハを切り出し、鏡面加工を施してシリコン単結晶の鏡面ウェーハを作製し、グローンイン欠陥の測定を行った。また、熱酸化処理を施してOSFリング発生の有無を確認した。

【0046】その結果、F/G値が0.112~0.142 mm²/°C·min の範囲内において、ウェーハ面内酸素濃度が24 ppm 以上のウェーハは全面グローンイン欠陥の存在しないN領域でウェーハ中心から約15 mm 位置にOSFリングを有する極低欠陥ウェーハであった。これに対してウェーハ面内酸素濃度が24 ppm 未満のウェーハは全面グローンイン欠陥の存在しないN領域で、OSF核は存在するが熱酸化処理によってOSFリングを発生しない無欠陥ウェーハであった。なお、このウェーハの酸化膜耐圧特性は、C-モード良品率100% となった。

【0047】(実施例3) 単結晶引上げ中に、結晶中の1050~850°Cまでの温度域を通過する時間を140分以下とした熱履歴を与えた以外は実施例1と同一条件で引上げ、得られた単結晶棒から、ウェーハを切り出し、鏡面加工を施してシリコン単結晶の鏡面ウェーハを作製し、グローンイン欠陥の測定を行った。また、熱酸化処理を施してOSFリング発生の有無を確認した。

【0048】その結果、酸素濃度が27 ppm のものであっても、F/G値が0.112~0.142 mm²/°C·min の範囲内において、全面グローンイン欠陥の存在しないN領域で、OSF核は存在するが熱酸化処理によってOSFリングを発生しない無欠陥ウェーハであった。なお、このウェーハの酸化膜耐圧特性は、C-モード良品率100% となった。

【0049】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0050】例えば、上記実施形態においては、直径6インチのシリコン単結晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、引上げ速度をF [mm/min] とし、シリコンの融点から1400°Cの間の引上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値をG [°C/mm] で表した時、F/Gの値を結晶中心で、0.112~0.142 mm²/°C·min となるように制御すれば、直径8~16インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。また、本発明は、シリ

* モード良品率100% となった。なお、C-モード測定条件は、次の通りである。

- 2) 測定電極: リンドーブ・ポリシリコン,
- 4) 判定電流: 1 mA/cm²,

コン融液に水平磁場、縦磁場、カスプ磁場等を印加するいわゆるMCZ法にも適用できることは言うまでもない。

【0051】さらに、上記実施形態においては、低酸素化と熱履歴制御を別々に説明したが、両者を共に実施してもよく、より確実にOSFリングを無害化することができる。

【0052】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、単結晶育成条件の制御幅が広くなり、OSFリング外側のN領域、OSFリング、あるいはOSF核及びその内側のN領域も使用することにより最大限N領域を拡大したウェーハを容易に作製することができる。そして、低酸素化あるいは低温域の熱履歴の制御を併用すればOSFリングも発生せず、グローンイン欠陥も極低レベルのウェーハ全面が無欠陥のシリコン単結晶ウェーハを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】シリコン単結晶ウェーハ面内における、結晶の径方向位置を横軸とし、F/G値を縦軸とした場合の諸欠陥分布図である。

【図2】本発明で発見した結晶面内諸欠陥分布を表した説明図である。

(a) 通常の引上げ条件で引上げた場合、(b) 本発明の引上げ条件で引上げた場合。

【図3】従来の引上げ方法における結晶面内諸欠陥分布を表した説明図である。

(a) 通常の引上げ条件で引上げた場合、(b) 引上げ速度と結晶内温度勾配を精密制御して引上げた場合。

【図4】従来の引上げ方法における引上げ速度と結晶面内欠陥分布との関係を表した説明図である。

(a) 高速引上げの場合、(b) 中速引上げの場合、(c) 低速引上げの場合。

【図5】本発明において、ウェーハに熱酸化処理を施した際のOSFリングの発生領域とOSF核の存在領域との境界位置が結晶中酸素濃度に影響されていることを表した説明図である。

(a) 結晶棒の長さ方向位置と酸素濃度の関係を表したグラフ、(b) 結晶縦断面において、OSFリングの発生領域とOSF核の存在領域との境界位置を示す説明図である。

【図6】本発明で使用したCZ法による単結晶引上げ装置の概略説明図である。

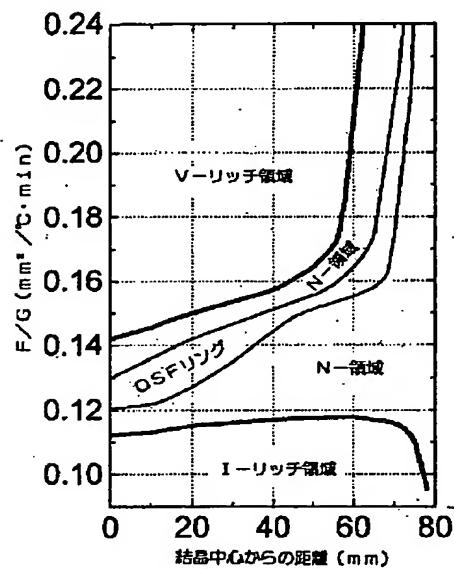
【図7】CZ法による従来の単結晶引上げ装置の概略説明図である。

【符号の説明】

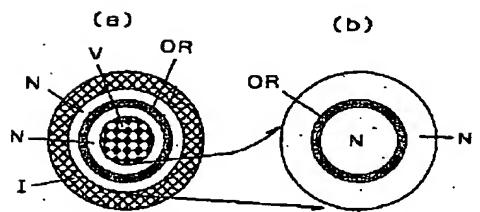
1…成長単結晶棒、
2…シリコン融液、
3…湯面、
4…固液界面、
5…種子結晶、
6…シードチャック、
7…ケーブル、
8…固液界面断熱材、
9…上部周縁断熱材、
10…湯面と固液界面断熱材下端との隙間、

* 30…単結晶引上げ装置、
31…引上げ室、
32…ルツボ、
33…ルツボ保持軸、
34…ヒータ、
35…断熱材、
36…冷却装置。
V…V-リッチ領域、
N…N-領域、
10 I…I-リッチ領域、
* OR…OSFリング。

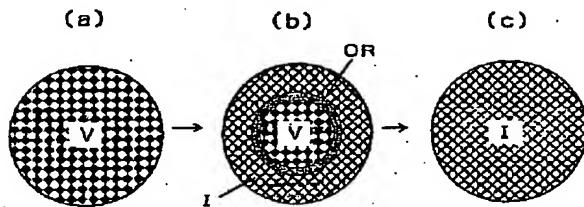
【図1】



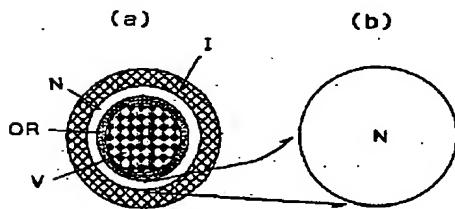
【図2】



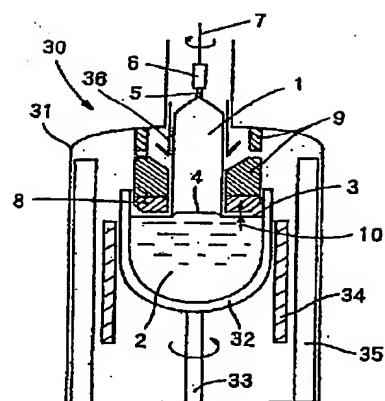
【図4】



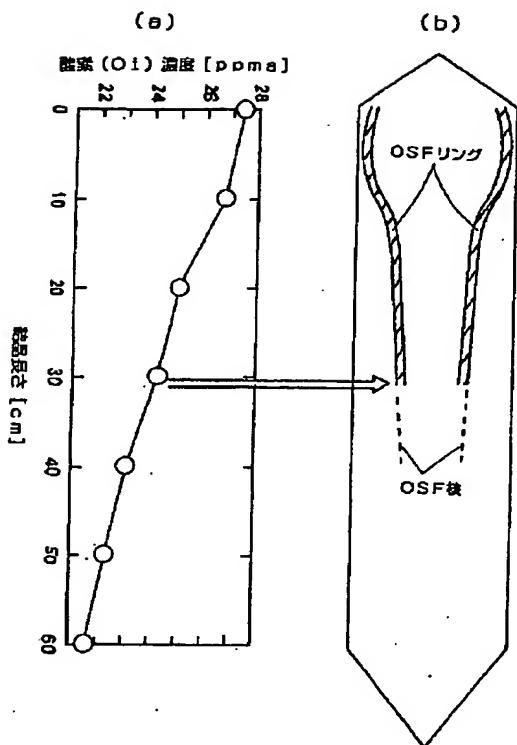
【図3】



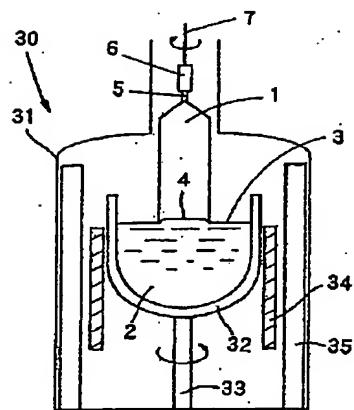
【図6】



【図5】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 村岡 正三
 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
 導体株式会社半導体磯部研究所内

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox